

551923

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局(43) 国際公開日
2004年12月9日 (09.12.2004)

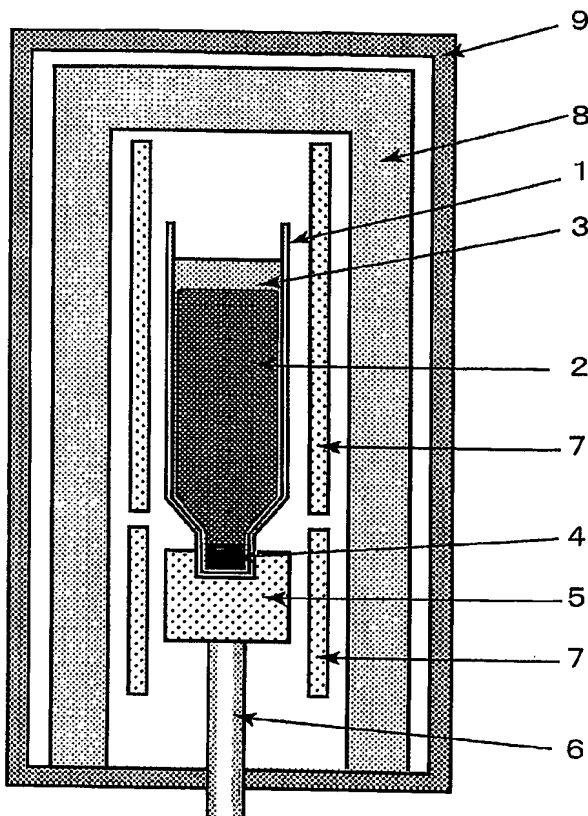
PCT

(10) 国際公開番号
WO 2004/106597 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C30B 29/40 (72) 発明者; および
(21) 国際出願番号: PCT/JP2004/006427 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 川瀬 智博
(22) 国際出願日: 2004年5月6日 (06.05.2004) (KAWASE, Tomohiro) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).
(25) 国際出願の言語: 日本語 (74) 代理人: 中野 稔, 外 (NAKANO, Minoru et al.); 〒5540024 大阪府大阪市此花区島屋一丁目1番3号 住友電気工業株式会社内 Osaka (JP).
(26) 国際公開の言語: 日本語
(30) 優先権データ: 特願2003-128831 2003年5月7日 (07.05.2003) JP (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA,
[続葉有]

(54) Title: INDIUM PHOSPHIDE SUBSTRATE, INDIUM PHOSPHIDE SINGLE CRYSTAL AND PROCESS FOR PRODUCING THEM

(54) 発明の名称: 燐化インジウム基板および燐化インジウム単結晶とその製造方法



(57) Abstract: An indium phosphide substrate of low dislocation density excelling in the wafer in-plane and thickness-direction uniformity of dopant concentration, which indium phosphide substrate is used for obtaining a compound semiconductor device excelling in wafer in-plane uniformity of properties, stability and operating life; and a process for producing the same. An indium phosphide single crystal of low dislocation density excelling in the wafer in-plane and thickness-direction uniformity of dopant concentration is produced through a process comprising securing to a lower end of growth vessel a seed crystal having a given sectional area ratio to crystal body so that the direction of crystal growth is set for (100)-orientation; placing an indium phosphide raw material, a dopant and boron oxide in the growth vessel; disposing the growth vessel in a crystal growth furnace; heating at temperature equal to or higher than the melting point of indium phosphide so as to melt the boron oxide, indium phosphide raw material and dopant; and lowering the temperature of the growth vessel.

(57) 要約: ウエハー面内の特性の均一性や安定性、寿命に優れた化合物半導体デバイスを得るための、ドーパント濃度のウエハー面内および厚さ方向の均一性に優れた、低転位密度の燐化インジウム基板とその製造方法を提供する。結晶の成長方向が〈100〉方位になるように、結晶胴部に対する所定の断面積比を有する種結晶を成長容器下端に設置し、さらに燐化インジウム原料とドーパント及び酸化ホウ素を収容した成長容器を結晶成長炉に設置して、燐化インジウムの融点以上の温度に昇温して、酸化ホウ素と燐化インジウム原料及びドーパントを加熱溶融したのち、成長容器の温度を降下させることにより、ドーパント濃度のウエ

ハー面内および厚み方向の均一性が良好な、低転位密度の燐化インジウム単結晶を得る。

BEST AVAILABLE COPY

WO 2004/106597 A1



NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF,

添付公開書類:

- 国際調査報告書
- 請求の範囲の補正の期限前の公開であり、補正書受領の際には再公開される。

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明細書

燐化インジウム基板および燐化インジウム単結晶とその製造方法

技術分野

- 5 光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子分野や、トランジスタ等の電子分野に利用される、燐化インジウム基板、燐化インジウム結晶、およびその製造方法に関するものである。

背景技術

- 10 燐化インジウム（InP）結晶は、液体封止引上げ法（LEC法）や蒸気圧制御LEC法（VCZ法）で製造されている。また最近では、垂直温度傾斜凝固法（VGF法）による直径3インチ（約75mm）および直径4インチ（約100mm）の単結晶の成長が報告されている。

- VGF法では、低温度勾配下で結晶を成長できるため、低転位密度のInP結晶が成長できると報告されている。たとえば、13th International Conference on Indium Phosphide and Related Materials, Post Deadline Papers, Tsukuba, Ibaraki, (1998) 15-16には、直径3インチのFeがドーブされたInP結晶について報告されている。この論文には、〈100〉ウエハーのエッチピット密度（EPD）が $3,000\text{ cm}^{-2}$ であったと報告されている。このエッチピット
- 15 密度は、結晶の転位密度に相当する。この論文には、結晶の成長方位は示されていない。Technical Digest of GaAs IC Symposium, Monterey, (2002) 147-150には、Feがドーブされた直径4インチの市販の〈100〉InPウエハーは、エッチピット密度やフォトルミネッセンス（PL）強度がウエハー面内で大きく片流れしており、Fe濃度も約2倍変化していることが報告されている。このこと
- 20 から、市販のVGF結晶の成長方位は、〈111〉であると推定している。また、縦型ボート法で〈100〉シードを用いて直径4インチのFeドーブInP結晶を成長し、転位密度の平均値が $11,000\text{ cm}^{-2}$ の〈100〉ウエハーが得られたと報告している。

また、13th International Conference on Indium Phosphide and Related Mat

erials, Post Deadline Papers, Tsukuba, Ibaraki, (1998)1-2, Japanese Journal of Applied Physics, 38 (1999) 977-980には、VGF法で〈100〉方位に成長した、直径100mmのInP結晶について報告されている。さらに、14th International Conference on Indium Phosphide and Related Materials, Davos, Switzerland, (1999) 249-254には、VGF法で〈100〉方位に成長した直径100mmのInP結晶を、燐化鉄(FeP_2)雰囲気で熱処理することによって、Feがドーピングされた直径100mmの(100) InPウエハーが得られたと報告されている。

また、Journal of Crystal Growth 132 (1993) 348-350及びJournal of Crystal Growth 158 (1996) 43-48には、結晶胴部の直径にほぼ等しい〈100〉方位の種結晶を用いて、S(硫黄)を添加した直径50mmの単結晶を得たことなどが報告されている。

InP結晶の成長では、双晶(ツイン)の発生が最も大きな問題である。特に、容器内で結晶を成長するVGF法や垂直ブリッジマン法(VB法)などの垂直ポート法により、低温度勾配下で結晶成長する際には、ツインが高い頻度で発生するため、単結晶を得ることが非常に難しい。

そのため、Journal of Crystal Growth 95 (1989) 109-114では、ツインの発生しにくい〈111〉方位に成長する方法が報告されている。しかし、通常(100)ウエハーが用いられるため、Technical Digest of GaAs IC Symposium, Monterey, (2002)147-150に記載されているように、成長方向に対して 54.7° 傾斜させて(100)ウエハーを採取する必要がある。そのため、ウエハー面内でドーパント濃度に大きな勾配が生じるという問題がある。Feがドーピングされた直径4インチ(約100mm)の市販の(100) InPウエハーは、ウエハー面内でFe濃度が約2倍変化していると報告されている。Fe濃度がこのように大きく変化すると、基板面内の電気特性も同様に大きく変化する。そのため、光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用基板として使用した場合、デバイス特性がウエハー面内で一定にならないという問題が考えられる。

一方、特開平11-302094では、ツインの発生を防止するため、増径部

における結晶成長速度を 20 mm/hr 以上として、るつぼの逆円錐形の増径部の傾斜角度を、底部中央の法線に対して 80° 以上 90° 未満にするのが好ましいことが記載されている。通常ドーパントは、原料と共にくつぼに入れて結晶成長が行われるが、成長速度が速すぎると、組成的過冷却が生じて多結晶化することが考えられる。そこで、ドーパントを添加しない無添加の単結晶を成長してウエハー状に加工した後で、14th International Conference on Indium Phosphide and Related Materials, Davos, Switzerland, (1999) 249-254にあるように、
5 燐化鉄 (FeP_2) 雰囲気中で熱処理して、 Fe がドーピングされた InP 基板を得る方法が考えられる。しかし、このように雰囲気から拡散させてドーパントをドー
10 ピングする方法では、ドーパントの濃度がウエハー表面に近いほど高くなるような分布を生じ易いと考えられる。そのため、光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用基板として使用した際、デバイス特性が安定しないという問題が考えられる。

また、Journal of Crystal Growth 158 (1996) 43-48には、結晶胴部の直径に
15 ほぼ等しい $\langle 100 \rangle$ 方位の種結晶を用いることによって、無添加や S (硫黄) を添加した、直径 50 mm の単結晶が得られたと報告されている。しかし、転位密度を減らす効果がある S を $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ もの高濃度添加しているにもかかわらず、エッチピット密度 (EPD) は $8,000 \sim 10,000 \text{ cm}^{-2}$ と高い。光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子分野に用いられ
20 る InP 基板では、転位がデバイス特性や寿命を低下させることが知られており、このように転位密度の高い基板は実用上問題があると考えられる。

発明の開示

本発明のドーパントを含有する燐化インジウム基板は、ウエハー面内の転位密度の平均値が 5000 cm^{-2} 未満であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率が 30% 以下であり、かつウエハーの厚み方向の分布が実質的に均一であることを特徴とする。さらに、ウエハー面内の転位密度の平均値が 2000 cm^{-2} 未満であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率が 30% 以下であり、かつウエハ

一の厚み方向の分布が実質的に均一であることを特徴とする。

このように低転位密度で、ドーパントのウエハー面内および厚さ方向の均一性に優れた I n P 基板を、光通信用半導体レーザー、フォトデテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用基板として用いることにより、ウエ
5 ハー面内の特性の均一性や安定性、寿命に優れた化合物半導体デバイスが得られる。

本発明のドーパントを含有する I n P 基板は、直径が 7 5 mm 以上、さらには直径が 1 0 0 mm 以上、含有するドーパントが F e (鉄)、S (硫黄)、S n (錫)、Z n (亜鉛) の場合に顕著な効果が得られる。

10 また、本発明は、成長方向が $\langle 1 0 0 \rangle$ 方位であり、成長方向に垂直な $(1 0 0)$ 面内の転位密度の平均値が $5 0 0 0 \text{ cm}^{-2}$ 未満であるドーパントを含む I n P 結晶である。また、成長方向が $\langle 1 0 0 \rangle$ 方位であり、成長方向に垂直な $(1 0 0)$ 面内の転位密度の平均値が $2 0 0 0 \text{ cm}^{-2}$ 未満であるドーパントを含む I n P 結晶である。

15 また、直径が 7 5 mm 以上、さらには直径が 1 0 0 mm 以上であり、含有するドーパントが F e (鉄)、S (硫黄)、S n (錫)、Z n (亜鉛) である。

このような I n P 結晶から得られた I n P 基板を、光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用基板として用いることにより、ウエハー面内の特性の均一性や安定性、寿命に優れた
20 化合物半導体デバイスが得られる。

このような特徴を有するドーパントを含む I n P 単結晶は、結晶の成長方向が $\langle 1 0 0 \rangle$ 方位になるように、結晶胴部の 1 5 % 以上の断面積を有する種結晶を成長容器下端に設置し、さらに燐化インジウム原料とドーパント及び酸化ホウ素を収容した成長容器を、結晶成長炉に設置して燐化インジウムの融点以上の温度
25 に昇温して、酸化ホウ素と燐化インジウム原料及びドーパントを加熱溶解したのち、成長容器の温度を降下させることによって得られる。種結晶は、結晶胴部の断面積の、5 0 % 以上の断面積にするとより好ましく、加えて 9 8 % 以下の断面積にするのが好ましい。

結晶胴部の 1 5 % 以上、好ましくは 5 0 % 以上の断面積の種結晶を用いるの

は、種結晶の断面積が大きいと、ツインの発生しやすい増径部の表面積を小さくできるため、ツインの発生する頻度が減少するためである。また、98%以下の断面積とするのは、種結晶の断面積を結晶胴部よりも小さくしておかないと、るつば底部にうまく収容できないためである。

- 5 また、結晶中心軸を含む縦断面において、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角（第1図参照）が、 40° 以下であることが好ましく、 20° 以下であることがより好ましい。

- 10 このように、結晶中心軸を含む縦断面において、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角を、 40° 以下、好ましくは 20° 以下と小さくするのは、結晶径の変化が小さい方が、成長が安定して、ツインの発生しにくくなるためである。

- 15 さらに、種結晶の平均転位密度は 5000 cm^{-2} 未満であることが好ましく、 2000 cm^{-2} 未満であることがより好ましい、また、成長する結晶の目標の平均転位密度よりも低い平均転位密度を有する種結晶を用いることが好ましい。

- 20 本発明者は、結晶胴部の15%以上、好ましくは50%以上の断面積を有する種結晶を用いる場合、結晶の転位密度が、種結晶の転位密度に大きく依存することを見出した。 (100) 面内の転位密度の平均値が 5000 cm^{-2} 未満、あるいは転位密度の平均値が 2000 cm^{-2} 未満のドーパントを含むInP結晶を得るためには、平均転位密度が 5000 cm^{-2} 未満、あるいは 2000 cm^{-2} 未満の転位密度の低い種結晶を用いるのが好ましいこと、成長する結晶の目標の平均転位密度よりも低い平均転位密度を有する種結晶を用いることが好ましいことを見出した。

- 25 本発明では、燐化インジウム原料とドーパント及び種結晶の一部を加熱融解した状態で一定時間、好ましくは1時間以上、より好ましくは3時間以上、さらに好ましくは5時間以上保持したのち、成長容器の温度を降下させて、結晶の成長方向に $\langle 100 \rangle$ 方位を有する単結晶を成長する。結晶胴部の15%以上、好ましくは50%以上の断面積を有する種結晶を用いる場合、従来の断面積比率の小さい（1%程度）種結晶を用いる場合に比べて、原料融液と種結晶の界面位置が

安定するのに時間を要するためである。さらに、このように融液を一定時間保持することによって、融液内のドーパント濃度が均一になるという効果が得られる。

種結晶から結晶が成長する時の成長速度は、10 mm/時以下が好ましく、5 mm/時以下であることがより好ましい。これは、種結晶から結晶が成長する時の成長速度が速すぎると、組成的過冷却が起こって、多結晶化してしまうためである。

また、種結晶から結晶が成長する時の成長速度は、2.5 mm/時以上が好ましい。これは、種結晶から結晶が成長する時の成長速度が遅すぎると、成長開始時にツインやポリなどの欠陥が発生し易いためである。種結晶と融液の界面付近には、融液対流などの影響によって温度揺らぎが生じている。低温度勾配下で成長する際には、この温度揺らぎが結晶成長の安定性に強く影響すると考えられる。本願発明者は、種結晶から結晶が成長し始める時の成長速度を2.5 mm/時以上にすると、成長開始時にツインやポリなどの欠陥が発生しにくいことを見出した。

また、成長容器は、pBN（熱分解窒化ホウ素）製容器が好ましく、種結晶、燐化インジウム原料、ドーパント及び酸化ホウ素を成長容器に収容するのに先立って、成長容器の内表面の少なくとも融液と接触する部分を、酸化ホウ素の被膜で被覆することが好ましい。

結晶胴部の15%以上、好ましくは50%以上の断面積を有する径の大きい種結晶を用いる場合、石英のような変形し易い材質のるつぼでは、径の小さい種結晶を用いる場合に比べて変形量が大きくなる。そのため、成長温度で十分な強度を有するpBN製のるつぼが好ましい。また、pBN製のるつぼの場合には、るつぼ内表面を酸化ホウ素（ B_2O_3 ）で被覆しないと、結晶あるいは融液がるつぼと接触して多結晶化してしまう。結晶胴部の15%以上、好ましくは50%以上の断面積を有する径の大きい種結晶を用いる場合、径の小さい種結晶を用いる場合に比べて種結晶の表面積が大きくなるため、結晶や融液がるつぼと接触する可能性が高くなる。種結晶、燐化インジウム原料、ドーパント及び酸化ホウ素を成長容器に収容するに先立って、成長容器の内表面の少なくとも融液と接触する部分

を、酸化ホウ素の被膜で被覆することによって、結晶あるいは融液とるつばが接触して多結晶化するのを防ぐことができる。

このようにして、結晶胴部の直径が75mm以上、さらには100mm以上で、Fe（鉄）、S（硫黄）、Sn（錫）、Zn（亜鉛）などのドーパントを含む InP 単結晶を得ることができる。またこの結晶を加工して得られる InP 基板を、光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用基板として用いることにより、ウエハー面内の特性の均一性や安定性、寿命に優れた化合物半導体デバイスが得られる。

10・図面の簡単な説明

図1は、本発明により製造される燐化インジウム（InP）単結晶の形状の一例を示す図。

図2は、本発明に用いられる InP 結晶製造装置の縦断面図の一例。

図3は、エッチピット密度とドーパント濃度を測定するためのサンプル採取位置。

発明を実施するための最良の形態

（実施例1）

内表面に酸化ホウ素（ B_2O_3 ）被膜を形成した内径約105mmのpBN製
るつば1に、直径40mmで長さ40mmの〈100〉InP種結晶を設置する。結晶胴部に対する種結晶部の断面積比は15%である。また、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角は 40° である。成長する結晶の平均転位密度の目標値を 5000 cm^{-2} 未満とし、平均転位密度 4500 cm^{-2} の種結晶を用いる。ドーパントとして高純度Feを用い、InP多結晶
10kgと酸化ホウ素0.5kgと共に、pBNるつばに収容する。なお、るつばに入れる高純度Feの重量は、直胴部先端での濃度が $2 \times 10^{16}\text{ cm}^{-3}$ となるように調整する。

結晶成長の様子を第2図に示す。InP単結晶の成長には、ステンレス製の高圧チャンバー9を用いる。高圧チャンバーの中心に設けられた回転降下可能な下

軸6の上端にるつぼ台5を設置し、その周囲にグラファイト製のヒーター7と、グラファイト製の断熱材8を配置する。種結晶4、原料、ドーパント、酸化ホウ素を収容したpBNるつぼをるつぼ台に載置する。高チャンバーを密閉して一定時間真空に引き、窒素ガスで加圧したのち、ヒーターに通電して昇温を開始する。

温度が上昇するにしたがって、まず酸化ホウ素3が軟化してInP原料全体を覆う。InPの融点温度を超えると、原料が融解を始める。原料を完全に融解させるとともに、高圧チャンバー内の圧力を約4MPaに調整し、種結晶の一部を融解してInP融液2となじませる。融液を1時間保持したのち、るつぼ台を5rpmで回転しながら、10mm/時の速度で降下させ、InP単結晶を成長する。

結晶成長が終了したのち、室温に冷却して結晶をpBNるつぼから取り出すと、結晶胴部の直径が105mmで、長さ約220mmのInP結晶10が得られる。後端部40mmはFeの析出による多結晶化部11のため、単結晶部分は約180mmである。この結晶胴部先端と後端でウエハーを採取してHuber（ヒューバー）エッチング液を用いて、エッチピット密度を調べる。先端部で4800cm⁻²、後端部で4000cm⁻²であり、目標値である5000cm⁻²未満を満たしている。

また、結晶直胴部先端13で採取したウエハーについて、GDMS法によりFe濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 2×10^{16} cm⁻³である。一方、ウエハー外周から2.5mm内側のFe濃度を測定すると、 2.2×10^{16} cm⁻³であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、10%である。同様にして、結晶直胴部後端12で採取したウエハーについて、GDMS法によりFe濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 9.5×10^{16} cm⁻³である。一方、ウエハー外周から2.5mm内側のFe濃度を測定すると、 10.5×10^{16} cm⁻³であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、10%である。

このようにして得られたInP単結晶を、直径100mmで厚さ625μmの

両面ミラーウエハーに加工して、SIMS法によりFe濃度の深さ方向分布を調べる。研磨とエッチングで表面から10 μ mずつ削りながら、デバイス作製上十分な深さと考えられる表面から100 μ mまでのFe濃度を測定する。直胴先端部と後端部で採取したウエハー共、Fe濃度の分布は $\pm 5\%$ 以内であり、デバイス作製上均一性に問題がないことがわかる。

(実施例2)

内表面に酸化ホウ素(B_2O_3)被膜を形成した内径約105mmのpBN製るつぼ1に、直径75mmで長さ30mmの $\langle 100 \rangle$ InP種結晶を設置する。結晶胴部に対する種結晶部の断面積比は50%である。また、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角は20°である。成長する結晶の平均転位密度の目標値を3000 cm^{-2} 未満とし、平均転位密度2500 cm^{-2} の種結晶を用いる。ドーパントとして高純度Feを用い、InP多結晶10kgと酸化ホウ素0.5kgと共に、pBNるつぼに收容する。なお、るつぼに入れる高純度Feの重量は、直胴部先端での濃度が $2 \times 10^{16} cm^{-3}$ となるように調整する。

InP単結晶の成長には、ステンレス製の高圧チャンバー9を用いる。高圧チャンバーの中心に設けられた回転降下可能な下軸6の上端にるつぼ台5を設置し、その周囲にグラファイト製のヒーター7と、グラファイト製の断熱材8を配置する。種結晶4、原料、ドーパント、酸化ホウ素を收容したpBNるつぼをるつぼ台に載置する。高圧チャンバーを密閉して一定時間真空に引き、窒素ガスで加圧したのち、ヒーターに通電して昇温を開始する。

温度が上昇するにしたがって、まず酸化ホウ素3が軟化してInP原料全体を覆う。InPの融点温度を超えると、原料が融解を始める。原料を完全に融解させるとともに、高圧チャンバー内の圧力を約4MPaに調整し、種結晶の一部を融解してInP融液2となじませる。融液を3時間保持したのち、るつぼ台を5rpmで回転しながら、5mm/時の速度で降下させ、InP単結晶を成長する。

結晶成長が終了したのち、室温に冷却して結晶をpBNるつぼから取り出すと、結晶胴部の直径が105mmで、長さ約220mmのInP結晶10が得ら

れる。後端部 2.5 mm は Fe の析出による多結晶化部 1.1 のため、単結晶部分は約 1.95 mm である。この結晶胴部先端と後端でウエハーを採取して Huber (ヒューバー) エッチング液を用いて、エッチピット密度を調べる。先端部で 2500 cm^{-2} 、後端部で 2000 cm^{-2} であり、目標値である 3000 cm^{-2} 未満を満たしている。

また、結晶直胴部先端 1.3 で採取したウエハーについて、GDMS 法により Fe 濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から 2.5 mm 内側の Fe 濃度を測定すると、 $2.45 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、20% である。同様に、結晶直胴部後端 1.2 で採取したウエハーについて、GDMS 法により Fe 濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $10 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から 2.5 mm 内側の Fe 濃度を測定すると、 $12.2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、20% である。

このようにして得られた InP 単結晶を、直径 100 mm で厚さ $625 \mu\text{m}$ の両面ミラーウエハーに加工して、SIMS 法により Fe 濃度の深さ方向分布を調べる。研磨とエッチングで表面から $10 \mu\text{m}$ ずつ削りながら、デバイス作製上十分な深さと考えられる表面から $100 \mu\text{m}$ までの Fe 濃度を測定する。直胴先端部と後端部で採取したウエハー共、Fe 濃度の分布は $\pm 5\%$ 以内であり、デバイス作製上均一性に問題がないことがわかる。

(実施例 3)

内表面に酸化ホウ素 (B_2O_3) 被膜を形成した内径約 105 mm の pBN 製るつぼ 1 に、直径 98 mm で長さ 20 mm の $\langle 100 \rangle$ InP 種結晶を設置する。結晶胴部に対する種結晶部の断面積比は 87% である。また、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角は 10° である。成長する結晶の平均転位密度の目標値を 2000 cm^{-2} 未満とし、平均転位密度 1500 cm^{-2} の種結晶を用いる。ドーパントとして高純度 Fe を用い、InP 多結晶 10 kg と酸化ホウ素 0.5 kg と共に、pBN るつぼに収容する。なお、るつ

ぼに入れる高純度Feの重量は、直胴部先端での濃度が $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ となるように調整する。

InP単結晶の成長には、ステンレス製の高圧チャンバー9を用いる。高圧チャンバーの中心に設けられた回転降下可能な下軸6の上端にるつぼ台5を設置し、その周囲にグラファイト製のヒーター7と、グラファイト製の断熱材8を配置する。種結晶4、原料、ドーパント、酸化ホウ素を収容したpBNるつぼをるつぼ台に載置する。高圧チャンバーを密閉して一定時間真空に引き、窒素ガスで加圧したのち、ヒーターに通電して昇温を開始する。

温度が上昇するにしたがって、まず酸化ホウ素3が軟化してInP原料全体を覆う。InPの融点温度を超えると、原料が融解を始める。原料を完全に融解させるとともに、高圧チャンバー内の圧力を約4MPaに調整し、種結晶の一部を融解してInP融液2となじませる。融液を5時間保持したのち、るつぼ台を5rpmで回転しながら、3mm/時の速度で降下させ、InP単結晶を成長する。

結晶成長が終了したのち、室温に冷却して結晶をpBNるつぼから取り出すと、結晶胴部の直径が105mmで、長さ約220mmのInP結晶10が得られる。後端部20mmはFeの析出による多結晶化部11のため、単結晶部分は約200mmである。この結晶胴部先端と後端でウエハーを採取してHuber（ヒューバー）エッチング液を用いて、エッチピット密度を調べる。先端部で1800 cm^{-2} 、後端部で1200 cm^{-2} であり、目標値である2000 cm^{-2} 未満を満たしている。

また、結晶直胴部先端13で採取したウエハーについて、GDMS法によりFe濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $2 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から2.5mm内側のFe濃度を測定すると、 $2.7 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、30%である。同様にして、結晶直胴部後端12で採取したウエハーについて、GDMS法によりFe濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であった。一方、ウエハー外周から2.5mm内側のFe濃度を測定する

と、 $1.3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、30%である。

このようにして得られた InP 単結晶を、直径 100 mm で厚さ 625 μm の両面ミラーウエハーに加工して、SIMS 法により Fe 濃度の深さ方向分布を調べる。研磨とエッチングで表面から 10 μm ずつ削りながら、デバイス作製上充分な深さと考えられる表面から 100 μm までの Fe 濃度を測定する。直胴先端部と後端部で採取したウエハー共、Fe 濃度の分布は $\pm 5\%$ 以内であり、デバイス作製上均一性に問題がないことがわかる。

(実施例 4)

- 10 内表面に酸化ホウ素 (B_2O_3) 被膜を形成した内径約 105 mm の pBN 製のつば 1 に、直径 98 mm で長さ 20 mm の $\langle 100 \rangle$ InP 種結晶を設置する。結晶胴部に対する種結晶部の断面積比は 87% である。また、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角は 10° である。成長する結晶の平均転位密度の目標値を 1000 cm^{-2} 未満とし、平均転位密度 500 cm^{-2} の種結晶を用いる。ドーパントとして In_2S_3 を用い、InP 多結晶 10 kg と酸化ホウ素 0.5 kg と共に、pBN のつば 1 に収容する。なお、つば 15 に入れる In_2S_3 の重量は、直胴部先端での S 濃度が $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ となるように調整する。

- 20 InP 単結晶の成長には、ステンレス製の高圧チャンバー 9 を用いる。高圧チャンバーの中心に設けられた回転降下可能な下軸 6 の上端に つば台 5 を設置し、その周囲にグラファイト製のヒーター 7 と、グラファイト製の断熱材 8 を配置する。種結晶 4、原料、ドーパント、酸化ホウ素を収容した pBN のつばを つば台に載置する。高圧チャンバーを密閉して一定時間真空に引き、窒素ガスで加圧したのち、ヒーターに通電して昇温を開始する。

- 25 温度が上昇するにしたがって、まず酸化ホウ素 3 が軟化して InP 原料全体を覆う。InP の融点温度を超えると、原料が融解を始める。原料を完全に融解させるとともに、高圧チャンバー内の圧力を約 4 MPa に調整し、種結晶の一部を融解して InP 融液 2 となじませる。融液を 5 時間保持したのち、つば台を 5 rpm で回転しながら、3 mm/時の速度で降下させ、InP 単結晶を成長す

る。

結晶成長が終了したのち、室温に冷却して結晶を p B N るつばから取り出すと、結晶胴部の直径が 1 0 5 mm で、長さ約 2 2 0 mm の I n P 結晶 1 0 が得られる。この結晶胴部先端と後端でウエハーを採取して H u b e r (ヒューバー) エッチング液を用いて、エッチピット密度を調べる。先端部で $5 0 0 \text{ cm}^{-2}$ 、後端部で $1 0 0 \text{ cm}^{-2}$ であり、目標値である $1 0 0 0 \text{ cm}^{-2}$ 未満を満たしている。

また、結晶直胴部先端 1 3 で採取したウエハーについて、G D M S 法により S 濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $1 \times 1 0^{18} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から 2. 5 mm 内側の S 濃度を測定すると、 $1. 1 \times 1 0^{18} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、1 0 % である。同様にして、結晶直胴部後端 1 2 で採取したウエハーについて、G D M S 法により S 濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $3 \times 1 0^{18} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から 2. 5 mm 内側の S 濃度を測定すると、 $3. 3 \times 1 0^{18} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、1 0 % である。

このようにして得られた I n P 単結晶を、直径 1 0 0 mm で厚さ $6 2 5 \mu\text{m}$ の両面ミラーウエハーに加工して、S I M S 法により S 濃度の深さ方向分布を調べる。研磨とエッチングで表面から $1 0 \mu\text{m}$ ずつ削りながら、デバイス作製上十分な深さと考えられる表面から $1 0 0 \mu\text{m}$ までの S 濃度を測定する。直胴先端部と後端部で採取したウエハー共、S 濃度の分布は $\pm 5 \%$ 以内であり、デバイス作製上均一性に問題がないことがわかる。

(実施例 5)

内表面に酸化ホウ素 ($\text{B}_2 \text{O}_3$) 被膜を形成した内径約 1 0 5 mm の p B N 製るつば 1 に、直径 9 8 mm で長さ 2 0 mm の $\langle 1 0 0 \rangle$ I n P 種結晶を設置する。結晶胴部に対する種結晶部の断面積比は 8 7 % である。また、種結晶部から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角は $1 0^\circ$ である。成長する結晶の平均転位密度の目標値を $2 0 0 0 \text{ cm}^{-2}$ 未満とし、平均転位密度 1 5 0 0

cm^{-2} の種結晶を用いる。ドーパントとして Sn を用い、InP 多結晶 10 kg と酸化ホウ素 0.5 kg と共に、pBN りつばに收容する。なお、りつばに入れる Sn の重量は、直胴部先端での Sn 濃度が $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ となるように調整する。

- 5 InP 単結晶の成長には、ステンレス製の高圧チャンバー 9 を用いる。高圧チャンバーの中心に設けられた回転降下可能な下軸 6 の上端にりつば台 5 を設置し、その周囲にグラファイト製のヒーター 7 と、グラファイト製の断熱材 8 を配置する。種結晶 4、原料、ドーパント、酸化ホウ素を收容した pBN りつばをりつば台に載置する。高圧チャンバーを密閉して一定時間真空に引き、窒素ガスで加
- 10 圧したのち、ヒーターに通電して昇温を開始する。

温度が上昇するにしたがって、まず酸化ホウ素 3 が軟化して InP 原料全体を覆う。InP の融点温度を超えると、原料が融解を始める。原料を完全に融解させるとともに、高圧チャンバー内の圧力を約 4 MPa に調整し、種結晶の一部を融解して InP 融液 2 となじませる。融液を 5 時間保持したのち、りつば台を 5

15 rpm で回転しながら、3 mm/時の速度で降下させ、InP 単結晶を成長する。

結晶成長が終了したのち、室温に冷却して結晶を pBN りつばから取り出すと、結晶胴部の直径が 105 mm で、長さ約 220 mm の InP 結晶 10 が得られる。後端部 20 mm は Sn の析出による多結晶化部 11 のため、単結晶部分は

20 約 200 mm である。この結晶胴部先端と後端でウエハーを採取して Huber (ヒューバー) エッチング液を用いて、エッチピット密度を調べる。先端部で 1500 cm^{-2} 、後端部で 1000 cm^{-2} であり、目標値である 2000 cm^{-2} 未満を満たしている。

また、結晶直胴部先端 13 で採取したウエハーについて、GDMS 法により Sn

25 n 濃度のウエハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から 2.5 mm 内側の Sn 濃度を測定すると、 $1.16 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、15% である。同様にして、結晶直胴部後端 12 で採取したウエハーについて、GDMS 法により Sn 濃度のウ

エハー面内の分布を測定すると、ウエハー中心部が最も低く、 $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ である。一方、ウエハー外周から2.5mm内側のSn濃度を測定すると、 $5.8 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率は、15%である。

- 5 このようにして得られたInP単結晶を、直径100mmで厚さ625 μm の両面ミラーウエハーに加工して、SIMS法によりSn濃度の深さ方向分布を調べる。研磨とエッチングで表面から10 μm ずつ削りながら、デバイス作製上十分な深さと考えられる表面から100 μm までのSn濃度を測定する。直胴先端部と後端部で採取したウエハー共、Sn濃度の分布は±5%以内であり、デバイス作製上均一性に問題がないことがわかる。
- 10

産業上の利用可能性

- 本発明による結晶を加工して得られるInP基板を、光通信用半導体レーザー、フォトディテクタ等の光電子デバイスや、トランジスタ等の電子デバイス用
- 15 基板として用いることにより、ウエハー面内の特性の均一性や安定性、寿命に優れた化合物半導体デバイスが得られる。

請求の範囲

1. ウエハー面内の転位密度の平均値が 5000 cm^{-2} 未満であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率が30%以下
5 であり、かつウエハーの厚み方向の分布が実質的に均一であることを特徴とする、ドーパントを含む燐化インジウム基板。
2. ウエハー面内の転位密度の平均値が 2000 cm^{-2} 未満であり、ドーパント濃度のウエハー面内の最大値と最小値の差の平均値に対する比率が30%以下
10 であり、かつウエハーの厚み方向の分布が実質的に均一であることを特徴とする、ドーパントを含む燐化インジウム基板。
3. 直径が75mm以上であることを特徴とする、請求項1または請求項2記載の燐化インジウム基板。
4. 直径が100mm以上であることを特徴とする、請求項1～請求項3のいずれかに記載の燐化インジウム基板。
- 15 5. ドーパントがFe（鉄）であることを特徴とする、請求項1～請求項4のいずれかに記載の燐化インジウム基板。
6. ドーパントがS（硫黄）であることを特徴とする、請求項1～請求項4のいずれかに記載の燐化インジウム基板。
7. ドーパントがSn（錫）であることを特徴とする請求項1～請求項4のいずれ
20 かに記載の燐化インジウム基板。
8. ドーパントがZn（亜鉛）であることを特徴とする請求項1～請求項4のいずれかに記載の燐化インジウム基板。
9. 成長方向が〈100〉方位であり、成長方向に垂直な〈100〉面内の転位密度の平均値が 5000 cm^{-2} 未満であることを特徴とする、ドーパントを含む
25 燐化インジウム結晶。
10. 成長方向が〈100〉方位であり、成長方向に垂直な〈100〉面内の転位密度の平均値が 2000 cm^{-2} 未満であることを特徴とする、ドーパントを含む燐化インジウム結晶。
11. 直径が75mm以上であることを特徴とする、請求項9または請求項10

記載の燐化インジウム結晶。

12. 直径が100mm以上であることを特徴とする、請求項9～請求項11のいずれかに記載の燐化インジウム結晶。

13. ドーパントがFe（鉄）であることを特徴とする、請求項9～請求項12
5のいずれかに記載の燐化インジウム結晶。

14. ドーパントがS（硫黄）であることを特徴とする、請求項9～請求項12のいずれかに記載の燐化インジウム結晶。

15. ドーパントがSn（錫）であることを特徴とする請求項9～請求項12のいずれかに記載の燐化インジウム結晶。

10 16. ドーパントがZn（亜鉛）であることを特徴とする請求項9～請求項12のいずれかに記載の燐化インジウム結晶。

17. 結晶の成長方向が〈100〉方位になるように、結晶胴部の15%以上の断面積を有する種結晶を成長容器下端に設置し、さらに燐化インジウム原料とドーパント及び酸化ホウ素を収容した成長容器を、結晶成長炉に設置して燐化イン
15ジウムの融点以上の温度に昇温して、酸化ホウ素と燐化インジウム原料とドーパント及び種結晶の一部を加熱溶融したのち、成長容器の温度を降下させて、成長容器の長手方向に〈100〉方位を有する単結晶を成長することを特徴とする、ドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

18. 種結晶が、結晶胴部の断面積の、50%以上の断面積を有することを特徴
20とする、請求項17項記載のドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

19. 種結晶が、結晶胴部の断面積の、98%以下の断面積を有することを特徴とする、請求項17または請求項18記載のドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

25 20. 結晶中心軸を含む縦断面において、種結晶から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角が、40°以下であることを特徴とする、請求項17～請求項19記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

21. 結晶中心軸を含む縦断面において、種結晶から結晶胴部に至る増径部の結晶中心軸に対する傾斜角が、20°以下であることを特徴とする、請求項17～

請求項 19 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

22. 種結晶の平均転位密度が 5000 cm^{-2} 未満であることを特徴する、請求項 17～請求項 21 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

23. 種結晶の平均転位密度が 2000 cm^{-2} 未満であることを特徴する、請求項 17～請求項 21 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

24. 成長する結晶の目標の平均転位密度よりも低い平均転位密度を有する種結晶を用いることを特徴する、請求項 17～請求項 23 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

25. 燐化インジウム原料とドーパント及び種結晶の一部を加熱融解した状態で一定時間保持したのち、成長容器の温度を降下させて、成長容器の長手方向に $\langle 100 \rangle$ 方位を有する単結晶を成長することを特徴とする、請求項 17～請求項 24 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

26. 燐化インジウム原料とドーパント及び種結晶の一部を加熱融解した状態で 1 時間以上保持したのち、成長容器の温度を降下させて、成長容器の長手方向に $\langle 100 \rangle$ 方位を有する単結晶を成長することを特徴とする、請求項 25 記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

27. 種結晶から結晶が成長する時の成長速度が、 10 mm/時 以下であることを特徴とする、請求項 17～請求項 26 記載のドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

28. 種結晶から結晶が成長する時の成長速度が、 5 mm/時 以下であることを特徴とする、請求項 17～請求項 26 記載のドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

29. 種結晶から結晶が成長する時の成長速度が、 2.5 mm/時 以上であることを特徴とする、請求項 17～請求項 28 記載のドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

30. 成長容器が、pBN（熱分解窒化ホウ素）製容器であることを特徴とする、請求項 17～請求項 29 のいずれかに記載の、ドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

31. 種結晶、燐化インジウム原料、ドーパント及び酸化ホウ素を成長容器に収

容するに先立って、成長容器の内表面の少なくとも融液と接触する部分を、酸化ホウ素の被膜で被覆したことを特徴とする、請求項 17～請求項 30 のいずれかに記載の、ドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

5 32. 結晶胴部の直径が 75 mm 以上であることを特徴とする、請求項 17～請求項 31 のいずれかに記載の、ドーパントを含む燐化インジウム単結晶の製造方法。

33. 結晶胴部の直径が 100 mm 以上であることを特徴とする、請求項 17～請求項 32 のいずれかに記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

10 34. ドーパントが Fe（鉄）であることを特徴とする、請求項 17～請求項 33 のいずれかに記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

35. ドーパントが S（硫黄）であることを特徴とする、請求項 17～請求項 33 のいずれかに記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

36. ドーパントが Sn（錫）であることを特徴とする請求項 17～請求項 33 のいずれかに記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

15 37. ドーパントが Zn（亜鉛）であることを特徴とする請求項 17～請求項 33 のいずれかに記載の燐化インジウム単結晶の製造方法。

FIG. 1

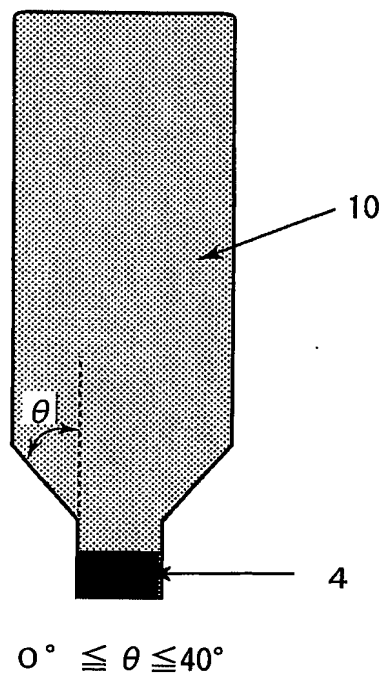


FIG. 2

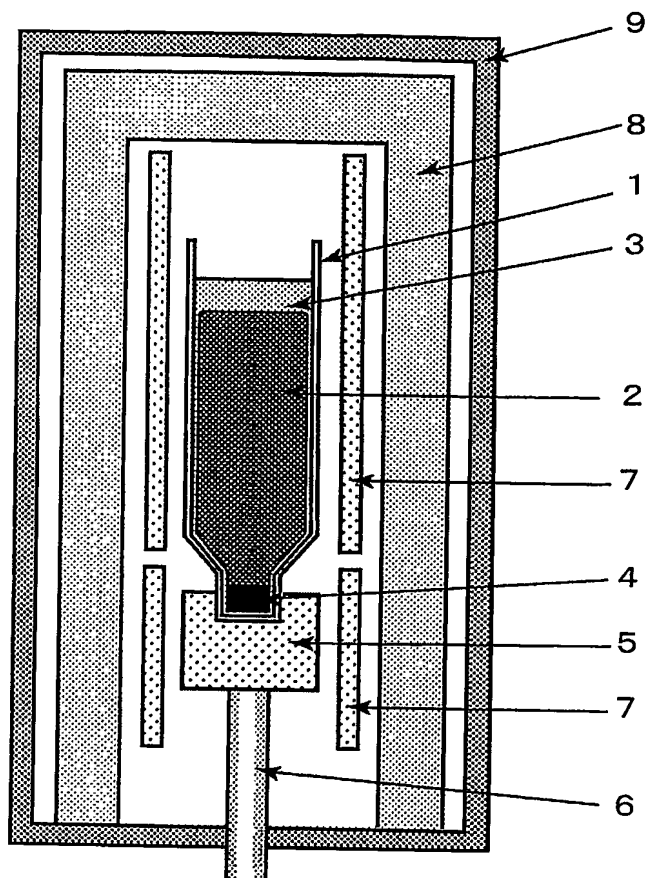
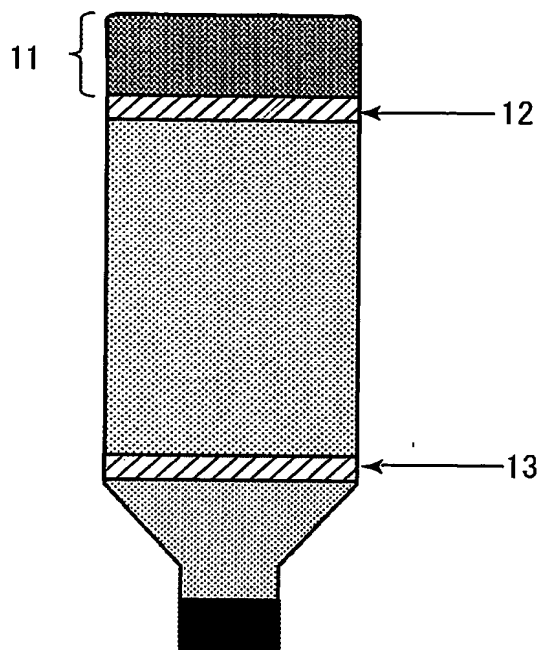


FIG. 3



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/006427

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C30B29/40

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C30B29/40

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2004
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2004 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2004

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAS ONLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 3-237088 A (Japan Energy Corp.), 22 October, 1991 (22.10.91), Examples; Figs. 2, 3 (Family: none)	1-16, 22-24, 32, 33
Y	JP 2000-313699 A (Japan Energy Corp.), 14 November, 2000 (14.11.00), Claims 1 to 3; Par. No. [0016]; Fig. 5 (Family: none)	1-16, 34-37
X Y	JP 3-40987 A (Nippon Telegraph And Telephone Corp.), 21 February, 1991 (21.02.91), Claims; Figs. 1 to 4 (Family: none).	17-21, 25-31 22-24, 32-37

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
17 September, 2004 (17.09.04)

Date of mailing of the international search report
05 October, 2004 (05.10.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2004/006427

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	P. Rudolph et al., Studies on interface curvature during vertical Bridgman growth of InP in a flat-bottom container, Journal of Crystal Growth, 1996, Vol.158, pages 43 to 48, 2. Experimental procedure, Fig. 1	17-21, 25, 26, 30, 31, 35
A	JP 8-78348 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 22 March, 1996 (22.03.96), & EP 701008 A2 & US 5647917 A	1-37

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. C30B29/40		
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int. Cl. C30B29/40		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2004年 日本国登録実用新案公報 1994-2004年 日本国実用新案登録公報 1996-2004年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語) CAS ONLINE		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 3-237088 A (日本鉱業株式会社) 1991. 10. 22 実施例, 第2, 3図 (ファミリーなし)	1-16, 22-24, 32, 33
Y	JP 2000-313699 A (株式会社ジャパンエナジー) 2000. 11. 14 請求項1-3, 【0016】, 図5 (ファミリーなし)	1-16, 34-37
X Y	JP 3-40987 A (日本電信電話株式会社) 1991. 02. 21 特許請求の範囲, 第1-4図 (ファミリーなし)	17-21, 25-31 22-24, 32-37
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日 17. 09. 2004	国際調査報告の発送日 05.10.2004	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 横山 敏志	4 G 2 9 2 7
電話番号 03-3581-1101 内線 3416		

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	P. Rudolph et al., Studies on interface curvature during vertical Bridgman growth of InP in a flat-bottom container, Journal of Crystal Growth, 1996, Vol.158, pp.43-48 2. Experimental procedure, Fig.1	17-21, 25, 26, 30, 31, 35
A	JP 8-78348 A (住友電気工業株式会社) 1996.03.22 & EP 701008 A2 & US 5647917 A	1-37

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.